

# EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 58139718  
PUBLICATION DATE : 19-08-83

APPLICATION DATE : 15-02-82  
APPLICATION NUMBER : 57021225

APPLICANT : TOYOTA MOTOR CORP;

INVENTOR : MATSUMOTO SHINICHI;

INT.CL. : B01D 39/20 F01N 3/02

TITLE : FILTER FOR PURIFICATION OF EXHAUST GAS OF INTERNAL COMBUSTION  
ENGINE AND ITS PRODUCTION

ABSTRACT : PURPOSE: To provide a filter for purification of an exhaust gas which has high strength and a catalytic effect and burns the fine particles in the exhaust gas of an internal combustion engine at low temp., by consisting the same of ceramic bodies of three-dimensional net structure having low expansive three-dimensional compds. constituted of lithia, silica and alumina on the surfaces and/or inside thereof.

CONSTITUTION: Lithium silicate is impregnated in ceramic bodies consisting of, for example, cordierite ceramics of three-dimensional network structure. The lithium silicate is prep'd. by dissolving, for example, lithia ( $\text{Li}_2\text{O}$ ) and silica ( $\text{SiO}_2$ ) at a suitable mixing ratio into an alkaline soln. The above-mentioned ceramic bodies subjected to the impregnation treatment are calcined at about 700–1,300°C, whereby the above-mentioned filter for exhaust gases of internal combustion engines is obtained. Ordinary ceramic bodies in the form of foam, honeycomb structure, etc. are usable for the above-described ceramic bodies of the three-dimensional network structure.

COPYRIGHT: (C)1983,JPO&Japio

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭58—139718

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>  
B 01 D 39/20  
F 01 N 3/02

識別記号

庁内整理番号  
6425—4D  
6634—3G

⑭ 公開 昭和58年(1983)8月19日

発明の数 2  
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑮ 内燃機関の排出ガス浄化用フィルタ及びその製造方法

⑯ 特 願 昭57—21225

⑰ 出 願 昭57(1982)2月15日

⑱ 発 明 者 桜井茂徳

豊田市トヨタ町1番地トヨタ自動車工業株式会社内

⑲ 発 明 者 村知幹夫

豊田市トヨタ町1番地トヨタ自動車工業株式会社内

⑳ 発 明 者 松本伸一

豊田市トヨタ町1番地トヨタ自動車工業株式会社内

㉑ 出 願 人 トヨタ自動車株式会社

豊田市トヨタ町1番地

㉒ 代 理 人 弁理士 青木朗 外3名

明 細 書

1. 発明の名称

内燃機関の排出ガス浄化用フィルタ及びその製造方法

2. 特許請求の範囲

1. リチア、シリカ、アルミナから構成される低膨張性三元化合物をその表面及び(又は)内部に有する三次元網目構造をなすセラミック体であることを特徴とする、内燃機関の排出ガス浄化用フィルタ。

2. 三次元網目構造のセラミック体にリチウムシリケートを含有し、約700～1300℃の温度で焼成し、よってリチア、シリカ、アルミナから構成される低膨張性三元化合物を該セラミック体の表面及び(又は)内部に生成させることを特徴とする、内燃機関の排出ガス浄化用フィルタの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は内燃機関の排出ガス浄化用フィルタ及びその製造方法に係る。

ディーゼル機関の排出ガス中には炭素、炭化水素、金属などからなる微粒子が含まれており、これらの微粒子が大気に放出されると黒っぽい煙状になり、不快な臭いがするなど、環境保全上好ましくないと言われている。そのため、従来より微粒子を捕集するために内燃機関の排出ガス通路内にフィルタを挿入したものが提案されている。このフィルタとして従来から三次元網目構造のセラミックが使用されているが、このセラミックは機械的強度が弱く、その結果セラミックを金属製ケース内に充填するときに破壊したり、あるいは機関運転時に発生する振動によって破壊するという問題があった。さらに、フィルタ上に捕集された微粒子を燃焼せしめてセラミックによる微粒子捕集能力を再生する必要があるが、従来のセラミックには触媒作用がないために微粒子を燃焼させるのにかなりの高温を必要とするという問題がある。

本発明は、以上の如き従来技術の問題点に鑑み、内燃機関の排出ガス浄化用フィルタにおいて、フィルタを構成する三次元網目構造のセラミックの

強度を増大してセラミックの破壊を防止し、更にセラミックに触媒作用を持たせて微粒子のより低濃度の燃焼を可能にすることを目的とする。

そして、本発明は上記目的を、リチア、シリカ、アルミナで構成される低膨張性三元化合物をその表面及び（又は）内部に有する三次元網目構造をなすセラミック体であることを特徴とする、内燃機関の排気ガス浄化用フィルタを提供することによって、達成する。

また、本発明は、上記排気ガス浄化用フィルタを製造する方法として、三次元網目構造のセラミック体にリチウムシリケートを含有し、約700～1300℃の温度で焼成し、よってリチア、シリカ、アルミナから構成される低膨張性三元化合物を前記のセラミック体の表面及び（又は）内部に生成させることを含んで成る方法を提供する。

ここに、リチア、シリカ、アルミナより構成される低膨張性三元化合物は、典型的には一般式：



で表わされる化合物である。式中のX、Y、Zは

酸化アルミニウムよりなる化合物100重量部と、水60重量部、さらに粘結剤としてポリビニルアルコール1重量部および界面活性剤1重量部を混合し、よく攪拌し、凝縮化した。市販の発泡状ポリウレタンフォームをこの泥漿中に浸漬し、次いで引き上げて120℃で1～3時間乾燥した。この操作を2～3回繰り返した後、1400℃で3時間焼成してコージュライト質セラミックよりなる三次元網目構造のフィルタ材を得た。

次に市販のリチウムシリケート（ $Li_2O$  2%； $SiO_2$  20%）水溶液（ $pH=10.7$ ）に上記フィルタ材を浸漬した後取り出し、乾燥し、1000℃で2時間焼成し、本発明の実施例をなすフィルタ材（実施例1a）を得た。

このようにして得たフィルタ材の一部を取り出し、粉末X線回折法で分析したところ、 $\beta$ -スボジューメン（ $Li_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 4SiO_2$ ）が同定された。

#### 実施例2

実施例1におけると同様にして得た三次元網目構

必ずしも整教である必要はなく、またセラミックフィルタ中に本式に該当する三元化合物の二種類以上が存在してもよい。また、本化合物は低膨張性である必要があるが、その<sup>(理也)</sup>は一般的に低膨張性セラミックより取るフィルタ本体と同様な熱膨張率を有すべきだからである。リチア、シリカ、アルミナの三元よりなる化合物は通常一般的に低膨張性である。

本発明に依る方法で用いるリチウムシリケートは、例えばリチア $Li_2O$ 、シリカ $SiO_2$ を適当な混合比でアルカリ性溶液にしたものである。また、本発明で用いる三次元網目構造のセラミックは、発泡状、ハニカム構造など慣用のものであることができる。材質的にはコージュライトが好ましい。

以下、本発明を実施例を参照しつつ具体的に説明する。

#### 実施例1

シリカ（ $SiO_2$ ）51重量%、アルミナ（ $Al_2O_3$ ）35重量%、マグネシア（ $MgO$ ）14重量%の化学組成になるように配合したタルク、カオリン、水

造のコージュライト質セラミックを、活性アルミナ粉末110重量部、アルミナゾル20重量部、水20重量部よりなる泥漿に浸漬し、乾燥した後、700℃で2時間焼成して、活性アルミナコート層を形成した。コート量は全体のうち20重量%であった。

このフィルタ材を、実施例1におけると同様にして、リチウムシリケート水溶液に浸漬し、乾燥後800℃で2時間焼成し、本発明の実施例をなすもう一つのフィルタ材（実施例2a）を得た。

このフィルタ材では $\beta$ -スボジューメンとユークリプタイト（ $Li_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ ）とが固定された。

#### 比較例1

実施例1と同様にしてコージュライト質セラミックを得、リチウムシリケートを含有しないで、比較例とした（比較例1b）。

#### 比較例2

実施例2と同様にして表面に活性アルミナコート層を形成したコージュライト質セラミックを得、

やはりリチウムシリケートを含まないで、もう一つの比較例とした(比較例2b)。

### 試験

これらのフィルタ材について以下の試験を行ない、本発明の効果を調べた。

#### (1) 強度

上記の各フィルタ材を気密性のある薄いゴムに入れ、静水圧を印加し、破壊圧力を求めた。その結果を第1表に示す。

第1表

実施例		比較例	
試料	破壊圧力 (kgf/cm <sup>2</sup> )	試料	破壊圧力 (kgf/cm <sup>2</sup> )
1a	25	1b	12
2a	28	2b	15

同表から、実施例1a、2aは比較例1b、2bに対してそれぞれ約2倍の強度を有していることがわかる。

を用いて熱分析し、炭素分の燃焼開始温度を求めた。その結果を第3表に示す。

第3表

実施例		比較例	
試料	燃焼開始 温度(℃)	試料	燃焼開始 温度(℃)
1a	510	2a	590
2a	490	2b	610

第3表から明らかなように、本発明の実施例であるフィルタ材1a、1bの炭素燃焼開始温度は、それぞれ比較例1b、2bより低く、本発明のフィルタ材が触媒作用を持っていることを示している。

また、本発明に係る実施例1a、2aのフィルタ材を金属製容器に挿入して実験のディーゼルエンジン車に装着して試験した。金属製容器に圧入する際の圧力及び走行時の振動に問題なく耐え、2万km走行後取り出して調べても割れや欠けが全くなかった。さらに、走行時のフィルタ再生回数

#### (2) 熱膨張係数

各フィルタ材から10×10×20mmの小片を切り出し、その熱膨張係数を20～800℃の間で測定した。その結果を平均値で第2表に示す。

第2表

実施例		比較例	
試料	熱膨張係数 (deg <sup>-1</sup> )	試料	熱膨張係数 (deg <sup>-1</sup> )
1a	$1.0 \times 10^{-6}$	1b	$1.2 \times 10^{-6}$
2a	$1.1 \times 10^{-6}$	2b	$1.4 \times 10^{-6}$

第2表に見られるように本発明の実施例1a、2aのセラミックは比較例1b、2bそれぞれのセラミックより熱膨張係数が低い。これは排出ガス浄化用フィルタとして耐熱衝撃性を向上させる。

#### (3) 触媒作用

各フィルタ材を実験のディーゼルエンジンの排気系に装着し、2000rpm、8kgf・mにて5時間定常運転を行ない、各フィルタ材に炭素を捕集させた。このフィルタ材を取り出し、その一部

も少なくても済み、本発明に係るフィルタの触媒作用もあわせて確認できた。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は内燃機関の排出ガス浄化用フィルタの透視図及びその一部分の拡大図である。

特許出願人

トヨタ自動車工業株式会社

特許出願代理人

弁理士 青 木 明  
弁理士 西 館 和 之  
弁理士 古 賀 哲 次  
弁理士 山 口 昭 之

第 1 圖

